

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problems Mailbox.**

## OFFICIAL LAID-OPEN PATENT GAZETTE OF THE JAPANESE PATENT OFFICE

Laid-Open Number: 03/103,341  
 Laid-Open Date: 30 April, 1991  
 Filing Number: 239,294/89  
 Filing Date: 14 September 1989

AN3  
TDS 12-18-88

Int.Cl.<sup>5</sup>: C 03 C 17/25, C 01 G 30/00

Inventors: Akira Fujisawa, Masao Misonou,  
 Masahiro Hirata and Hideo Kawahara

Applicant: Nippon Sheet Glass Co., Ltd.  
 5-11 Doshomachi-3-chome  
 Chuo-ku, Osaka

Representative: Seiichi Ouno

GLASS FOR SHUTTING OFF NEAR INFRARED RAY  
 AND A METHOD OF MANUFACTURING THE SAME

We Claim:

1. In a glass shutting off near infrared ray prepared by forming a film mainly comprising tin oxide and antimony oxide on a glass plate, the glass shutting off the near infrared ray which is characterized in that the composition of said film is 60-87.5% of  $\text{SnO}_2$  and 12.5-4% of  $\text{Sb}_2\text{O}_3$ , transmittance of visible light is 5-35%, transmittance of sunlight is 15-45% and diffusional transmittance of visible light is not more than 2%.

2. A method of manufacturing the glass shutting off the near infrared ray mentioned in claim 1, characterized in that, said film mainly comprising said tin oxide and said antimony oxide is formed by means of a pyrolytic oxidation reaction by spraying a mixed liquid of  $\text{C}_4\text{H}_9\text{SnCl}_3$ ,  $\text{SbCl}_3$ ,  $\text{H}_2\text{O}$  and  $\text{C}_n\text{H}_{2n+1}\text{OH}$  ( $n = 1-3$ ) or  $\text{C}_6\text{H}_4(\text{CH}_3)_2$  on a glass plate heated at high temperature.

3. A method of manufacturing the glass shutting off the near

$$\rightarrow 0,14 \rightarrow 0,67 = \frac{8}{10}$$

infrared ray according to claim 2 in which said mixed liquid for spraying is a mixture of  $C_4H_9SnCl_3$ ,  $Sb(CH_3COO)_3$ ,  $H_2O$  and  $C_nH_{2n+1}OH$  ( $n = 1-3$ ) or  $C_6H_4(CH_3)_2$ .

4. A method of manufacturing the glass shutting off the near infrared ray according to claim 2 in which said mixed liquid for spraying is a mixture of  $C_4H_9SnCl_3$ ,  $SbCl_3$ ,  $CH_3OH$  and  $H_2O$  (not more than 10% by weight to  $CH_3OH$ ).

5. A method of manufacturing the glass shutting off the near infrared ray according to claim 2 in which said mixed liquid for spraying is a mixture of  $C_4H_9SnCl_3$ ,  $SbCl_3$  or  $Sb(CH_3COO)_3$  and  $CH_3OH$ .

#### Detailed Description of the Invention:

(Technical Field)

The present invention relates to a glass which shuts off the near infrared ray used for buildings and for automobile.

(Prior Art)

In the window glass for buildings in recent years, various films are formed on the surface of the glass with an object of reduction of the cost for air-conditioning. Areas for the window glass used therefor are increasing and, in order to reduce a rise in the temperature inside the car during parking, there is a demand for the glass having a low transmittance of near infrared ray contained in sunlight. For meeting with such a requirement, the product which is prepared by a physical means such as a spattering method wherein a film having a multi-layered structure comprising metal membrane, metal nitride membrane and dielectric membrane is formed on a sheet glass has been known. However, its

high cost and no good durability make the use of such a filmed glass difficult. On the other hand, a spraying method has been known wherein a liquid material is sprayed for forming a thin membrane which is with a low cost and a high durability. There are many types of membranes obtained by a spray method and an example of the membrane having a low transmittance of near infrared ray is that which is composed of compounded oxides mainly comprising tin oxide and antimony oxide as disclosed, for example, in U. S. Patent 2,564,708. *← 20/04/95*  
(Problems to be Solved by the Invention)

However, in the near infreared-shutting glass manufactured by a spaying method wherein a film mainly composed of tin oxide and antimony oxide is formed on a glass by spraying, there is a problem that, when the amount of antimony oxide contained in the film is increased for lowering the transmittance of the near infrared ray, spots and tubidity are resulted causing difficulties for actual use.

(Means to Solve the Problems)

The present invention is to solve the above-mentioned problem and is to offer a glass which shuts off the near infrared ray and exhibits a small diffusing transmittance for visible light.

Thus, the present invention relates to a glass for shutting off the near infrared ray in which a film mainly composed of tin oxide and antimony oxide is formed on the surface of a sheet glass such as a float glass by means of a thermal decomposition and also to a method of manufacturing the same. In forming a film mainly composed of tin oxide and antimony oxide on the surface of the glass plate according to the present invention, a

spray method wherein the prepared material is sprayed as fine droplets on the surface of the glass plate heated at 500°C or higher to form a thin membrane as a result of a pyrolytic oxidation is used. In the past, a mixed solution of  $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{SbCl}_3$ ,  $\text{H}_2\text{O}$  and  $\text{HCl}$  was used for forming a thin membrane mainly composed of tin oxide and antimony oxide on the surface of the glass plate. An example of the tin material used in the present invention is  $\text{C}_4\text{H}_9\text{SnCl}_3$  while those of the antimony material are  $\text{SbCl}_3$  and  $\text{Sb}(\text{CH}_3\text{COO})_3$ . Such metal salts are dissolved in a solvent such as an alcohol ( $\text{C}_n\text{H}_{2n+1}\text{OH}$  where  $n = 1-3$ ), xylene ( $(\text{C}_6\text{H}_4(\text{CH}_3)_2$ ) and water and the resulting solution is used as a material liquid. More preferably,  $\text{CH}_3\text{OH}$  is used as the solvent. Incidentally,  $\text{Sb}_2\text{O}_5$  may be used as the antimony material and a mixture of the above-mentioned alcohol or water with  $\text{HCl}$  may be used as the solvent. In order to adjust the colour tone and optical character of the resulting film, salts of metals such as V and Bi may be dissolved in the above mixed liquid so that said metals may be contained in the film. With respect to a method of spraying, the liquid which is previously prepared by mixing the components may be sprayed as fine droplets or each of the components may be made into droplets separately followed by spraying and reacting simultaneously.

It has been found that, when the film mainly composed of tin oxide and antimony oxide is formed on the glass plate using such a spraying material liquid and the composition of the resulting film is 60-87.5% of  $\text{SnO}_2$  and 12.5-40% of  $\text{Sb}_2\text{O}_3$ , the expected characters meeting with the requirement of shutting off the near infrared ray that the transmittance of visible light ( $T_L$ ) is 5-

35%, the transmittance of sunlight is 15-45% and, moreover, the diffusional transmittance of visible light is not more than 2% are resulted whereupon the glass which shuts off the near infrared ray having a practically sufficient external appearance is afforded. If the composition of the film is made 65-85% of  $\text{SnO}_2$  and 15-35% of  $\text{Sb}_2\text{O}_3$ , the film with far better property exhibiting 5-20% of transmittance of visible light, 15-30% of transmittance of sunlight and not more than 1.7% of diffusional transmittance is obtained.

$$\rightarrow \frac{86}{100} = 0,18 \text{ a } 0,14$$

The diffusional transmittance which is taken up as a parameter in the present invention has a close relationship with the crystallinity of the oxide film. In general, there is a tendency that the temperature during burnnig and the thickness of the film have a correlation with the crystallinity of the film but the effect of the tin oxide and antimony oxide materials and the solvent on the diffusional transmittance which has been clarified in the present invention is not fundamentally affected by such a factor.

It is common to express the degree of clouding of the film by referring to a haze ratio and, in the coloured film, the haze ratio is high because of a low total transmittance. Accordingly, in the present invention, the cloud value is expressed by a diffusional transmittance ( $T_d$ ) calculated by multiplying the haze ratio by the total transmittance.

(Function)

A material liquid comprising  $\text{C}_4\text{H}_9\text{SnCl}_3$ ,  $\text{SbCl}_3$  or  $\text{Sb}(\text{CH}_3\text{COO})_3$  and  $\text{CH}_3\text{OH}$  is sprayed on a heated glass to form a film having a certain composition ratio mainly composed of tin oxide and anti-

mony oxide whereupon a glass which shuts off the near infrared ray having little diffusional transmittance of visible light and an excellent external appearance is obtained.

(Examples)

Example 1.

A soda lime glass with a size of 150 x 150 mm and a thickness of 3 mm was washed and dried to prepare a base plate. This plate was fixed by means of a hanger, kept in an electric furnace adjusted to 650°C for five minutes, taken out and the following material liquid was sprayed thereon using a commercially available spray gun for about ten seconds with an air pressure of 1.5 kg/cm<sup>2</sup>, an air amount of 50 liters/min and a spraying amount of 120 ml/min to prepare a sample. The material liquid used was as follows.

CH<sub>3</sub>OH 10 g

H<sub>2</sub>O 10 g

C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>SnCl<sub>3</sub> 28.2 g

SbCl<sub>3</sub> 1.6 g

Thickness of the resulting film was about 3,000 Å

Similarly were prepared other samples containing various amounts of Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> by spraying the material liquids containing 2.1 g, 3.0 g, 4.6 g and 5.7 g of SbCl<sub>3</sub>. Thickness of the resulting films was about 3,000 Å. Diffusional transmittance (T<sub>d</sub>) of those samples was measured using a directly-reading haze computer (HGM-2DP). The result is given in Fig. 1 by circles.

Further, a transmittance of sunlight (T<sub>g</sub>) and that of visible light (T<sub>v</sub>) were measured in accordance with JIS R3106. The result is given in Figs. 2 and 3 by circles. With regard to the

analysis of the composition of the film, a high frequency plasma emission analysis (using ICP100V by Shimadzu) and a fluorescent x-ray analysis (using PW1400 by Philips) were jointly used.

#### Comparative Example..

The same soda lime glass used in Example 1 was used as a base plate and the film was formed by the same manner as in Example 1 except that a liquid wherein 35.1 g of  $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  was used instead of 28.2 g of  $\text{C}_4\text{H}_9\text{SnCl}_3$ . The amounts of  $\text{SbCl}_3$  in the material liquid were 1.6 g, 2.1 g, 3.0 g, 4.6 g and 5.7 g.  $T_d$ ,  $T_g$  and  $T_L$  were determined by the same manner as in Example 1. The result is given in Figs. 1-3 by squares.

#### Example 2.

= ex  
A soda lime glass with a size of 150 x 150 mm and a thickness of 3 mm was washed and dried to prepare a base plate. This was fixed by a hanger, kept in an electric furnace adjusted to 650°C for five minutes, taken out and the sample was prepared by the same manner as in Example 1 using a solution of 28.2 g of  $\text{C}_4\text{H}_9\text{SnCl}_3$  and 1.6 g of  $\text{SbCl}_3$  in 20 g of  $\text{H}_2\text{O}$  as a material liquid. Other samples were also prepared using the starting liquids in which the solvent was changed from 20 g of  $\text{H}_2\text{O}$  to the same amount of methanol, ethanol, isopropanol (IPA) and xylene. Thickness of the film was about 3,000 Å in all cases. Diffusional transmittances of the resulting samples were measured by the same manner as in Example 1. Table 1 shows the result of the diffusional transmittances where the solvents in the starting liquids are different. Further, transmittance to sunlight was measured by the same manner as in Example 1 but no big difference was noted.



Table 1.

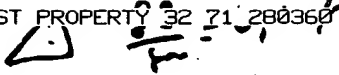
Solvent	$T_d$ (%)
Water	6.2
Methanol	0.5
Ethanol	2.8
IPA	4.3
Xylene	3.1

## Example 3.

A soda lime glass with a size of 150 x 150 mm and a thickness of 3 mm was washed and dried to prepare a base plate. This was fixed by a hanger, kept in an electric furnace adjusted to 650°C for five minutes, taken out and made into a sample by the same manner as in Example 1 using a material liquid prepared by dissolving 28.2 g of  $C_4H_9SnCl_3$  and 1.6 g of  $SbCl_3$  in 20 g of the solvent. The solvent used was in six types wherein the mixing ratio of water and methanol by weight was 100:0, 90:10, 60:40, 40:60, 10:90 and 0:100. Thickness was made about 3,000 Å. Diffusional transmittances for those samples were determined by the same manner as in Example 1 and the result is given in Fig. 3. Incidentally, transmittances of sunlight for those samples were measured but no big difference was noted among them.

## Example 4.

A soda lime glass with a size of 150 x 150 mm and a thickness of 3 mm was washed and dried to prepare a base plate. This was fixed by a hanger, kept in an electric furnace adjusted to 650°C for five minutes, taken out and made into a sample by the same manner as in Example 1 using a material liquid prepared by

  
dissolving 28.2 g of  $C_4H_9SnCl_3$  and 2.1 g of  $Sb(CH_3COO)_3$  in a mixed solvent of 10 g of methanol and 10 g of water.

Transmittance of sunlight and diffusional transmittance of the resulting sample were measured and compared with those of the sample of Example 1 wherein the amount of  $Sb_2O_3$  in the film was nearly the same and no big difference was found between them.  
(Merit of the Invention)

In accordance with the present invention, it is apparent from the examples to prepare a glass which shuts off the near infrared ray, has no disadvantages of spots and turbidity and exhibits a low diffusional transmittance.

#### Brief Explanation of the Drawings:

Fig. 1 shows the diffusional transmittances of the near infrared-shutting glass of the preset invention; Fig. 2 shows the transmittances of sunlight of the near infrared-shutting glass of the present invention; Fig. 3 shows the transmittances of visible light of the near infrared-shutting glass of the present invention; and Fig. 4 shows the diffusional transmittances by the use of different solvent in the material liquid as mentioned in Example 3.

A N3  
IDS 12-15-98

HIKOSH. KATACHI 12-15-98 11:05

⑩ 日本国特許庁(JP) ⑪ 特許出願公開  
⑫ 公開特許公報(A) 平3-103341

⑬ Int. Cl.<sup>3</sup> 識別記号 庁内整理番号 ⑭ 公開 平成3年(1991)4月30日  
C 03 C 17/25 Z 8017-4G  
C 01 G 30/00 7158-4G

審査請求 未請求 請求項の数 5 (全5頁)

⑯ 発明の名称 近赤外光カットガラス及びその製造方法  
⑰ 特 願 平1-239294  
⑱ 出 願 平1(1989)9月14日

⑲ 発 明 者 藤 沢 肇 大阪府大阪市中央区道修町3丁目5番11号 日本板硝子株式会社内  
⑲ 発 明 者 御 園 生 雅 郎 大阪府大阪市中央区道修町3丁目5番11号 日本板硝子株式会社内  
⑲ 発 明 者 平 田 昌 宏 大阪府大阪市中央区道修町3丁目5番11号 日本板硝子株式会社内  
⑲ 発 明 者 河 原 秀 夫 大阪府大阪市中央区道修町3丁目5番11号 日本板硝子株式会社内  
⑳ 出 願 人 日本板硝子株式会社 大阪府大阪市中央区道修町3丁目5番11号  
㉑ 代 理 人 弁理士 大野 精市

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

近赤外光カットガラス及びその製造方法

## 2. 特許請求の範囲

(1) ガラス板上に酸化鉛及び酸化アンチモンを主成分とする膜層を形成して得られる近赤外光カットガラスにおいて、該膜層の組成が  $\text{SnO}_2$  60～87.5%、 $\text{Sb}_2\text{O}_3$  12.5～40% であり、可視光透過率 5～35%、日射透過率 15～45%、可視光の反射透過率が 2% 以下であることを特徴とする近赤外光カットガラス。

(2) 該酸化鉛及び酸化アンチモンを主成分とする膜層が、高温に加熱されたガラス板上に  $\text{C}_n\text{H}_{2n+1}\text{SnCl}_2$ 、 $\text{SbCl}_3$ 、 $\text{H}_2\text{O}$ 、および  $\text{C}_n\text{H}_{2n+1}\text{OH}$  ( $n=1\sim 3$ ) または  $\text{C}_n\text{H}_n(\text{CH}_3)_2$  の混合物を膜取し、熱分解酸化反応により形成されることを特徴とする特許請求の範囲第1項に記載の近赤外光カットガラスの製造方法。

(3) 該膜層組成が  $\text{C}_n\text{H}_{2n+1}\text{SnCl}_2$ 、 $\text{Sb}(\text{C}_n\text{H}_{2n+1}\text{COO})_3$ 、 $\text{H}_2\text{O}$ 、および  $\text{C}_n\text{H}_{2n+1}\text{OH}$  ( $n=1\sim 3$ ) または  $\text{C}_n\text{H}_n(\text{CH}_3)_2$  の混合物であることを特徴とする特許請求の範囲第2項に記載の近赤外光カットガラスの製造方法。

(4) 該膜層組成が  $\text{C}_n\text{H}_{2n+1}\text{SnCl}_2$ 、 $\text{SbCl}_3$ 、 $\text{CH}_3\text{OH}$  および  $\text{H}_2\text{O}$  ( $\text{CH}_3\text{OH}$  に対し10重量%以下) の混合物であることを特徴とする特許請求の範囲第2項に記載の近赤外光カットガラスの製造方法。

(5) 該膜層組成が  $\text{C}_n\text{H}_{2n+1}\text{SnCl}_2$ 、 $\text{SbCl}_3$ 、あるいは  $\text{Sb}(\text{C}_n\text{H}_{2n+1}\text{COO})_3$ 、および  $\text{CH}_3\text{OH}$  の混合物であることを特徴とする特許請求の範囲第2項に記載の近赤外光カットガラスの製造方法。

## 3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は近赤外光及び自動車用の近赤外光カットガラスに関する。

〔従来の技術〕

## 特開平3-103341(2)

近年、建築用の板ガラスには冷房負荷の低減をはかるために様々な薄膜をガラス表面に形成したものが用いられている。また自動車では、そこに使用される窓ガラスの面積が増加しており、車中の車内温度上昇を抑えるため太陽光に含まれる近赤外光の透過率が低いガラスが要求されている。これらの要求に応えるガラスとして板ガラス上に金属膜や金属酸化膜と隔壁体膜からなる多層膜を有する薄膜をスパッタリング法など物理的手法により形成したものが知られているが製造コストが高いこと及び耐久性に劣ることが、これらの被膜付きガラスの使用を困難なものとしている。一方低コストかつ高耐久性の被膜が得られる薄膜形成法としては液体の原料を噴霧するスプレー法が知られている。スプレー法により得られる被膜の膜厚は多岐にわたるが、近赤外光の透過率の低いものとしては、例えば米国特許第2,584,700号に示されているように主として酸化鉛と酸化アンチモンからなる複合酸化物質膜があげられる。

【発明が解決しようとする課題】

従来、ガラス板の表面に酸化鉛と酸化アンチモンを主成分とする薄膜を形成するには、 $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{SbCl}_3$ 、 $\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{HCl}$ の混合溶液が用いられていた。本発明に用いることのできる原料としては $\text{C}_6\text{H}_5\text{SnCl}_3$ が、アンチモン原料としては $\text{SbCl}_3$ 、 $\text{Sb}(\text{CH}_3\text{COO})_3$ があげられ、これらの金属塩をアルコール( $\text{C}_n\text{H}_{2n+1}\text{OH}$  ( $n=1\sim3$ ))、またはキシレン( $\text{C}_6\text{H}_4(\text{CH}_3)_2$ )、水等の溶媒に溶解させたものが原料液として使用される。より好ましくは溶媒として $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ を使用することがあげられる。なお、アンチモン原料として $\text{Sb}_2\text{O}_3$ 、溶媒に上記アルコールや水に $\text{HCl}$ を加えたものを使用してもかまわない。また、得られる被膜の色調や光学特性を調整するためにV、Bなどの金属塩を上記混合液中に溶解させ、これらの金属塩化物を被膜中に含ませてもよい。なお噴霧方法としてはあらかじめ各成分を混合した液を微小な液滴として噴霧してもよいし、各成分を別個に液滴として同時に噴霧・反応させてもよい。

しかしながら、この酸化鉛と酸化アンチモンを主成分とする薄膜をスプレー法によりガラス上に形成させて得られる近赤外光カットガラスには次のような問題があった。すなわち、近赤外光の透過率を下げるために膜中に含まれる酸化アンチモンの量を増やすにつれ、露点や日濁が生じ実用には問題があった。

【問題を解決する手段】

本発明は、前記問題を解決するためになされたものであって、可視光の透過率が小さい近赤外光カットガラスを提供するものである。

すなわち、本発明はフロートガラス等の板ガラスを基体とし、その表面に熱分解法により酸化鉛と酸化アンチモンを主成分とする薄膜を形成して得られる近赤外光カットガラス及びその製造方法である。本発明においてガラス板の表面に酸化鉛と酸化アンチモンを主成分とする薄膜を形成するには500℃以上に加熱されたガラス板表面に調整された原料を微量な液滴として噴霧し、熱分解反応により薄膜を形成するスプレー法が用いられ

こうした微量原料液を用いガラス板上に酸化鉛及び酸化アンチモンを主成分とする薄膜を形成した場合、被膜の組成が $\text{SnO}_2$  60～87.5%、 $\text{Sb}_2\text{O}_3$  12.5～40%であると、可視光透過率(T<sub>v</sub>) 5～35%、日射透過率 15～45%と近赤外光カットの目的にかなう特性が得られ、その上可視光の透過率が2%以下と実用上も申し分ない外観特性を備えた近赤外光カットガラスを得ることができることがわかった。なお更に膜厚を調整して被膜の組成を $\text{SnO}_2$  65～85%、 $\text{Sb}_2\text{O}_3$  15～35%とすると、可視光透過率 5～20%、日射透過率 15～30%となり、この場合には低透過率は1.7%以下と一層優れた膜を得ることができるといえる。

なお本発明で問題とされる低透過率は酸化物質の結晶性と深い関係がある。一般的には、膜付け時の温度や膜厚は膜の結晶性と相関を示す傾向があるが、本発明で明らかとなった酸化鉛・酸化アンチモン原料、および溶媒の種類による低透過率への効果は、こうした要因によって本質的

には影響されない。

また膜の透気性を現す場合、ヘイズ率で現すのが一般的であるが、有色膜では全透過率が低いのでヘイズ率が高い値になってしまう。そのためここではヘイズ率に全透過率を乗じた拡散透過率 (Td) により評価を表すこととした。

#### 【作用】

$C_4H_9SnCl_3$ 、 $SbCl_3$ 、あるいは $Sb(CH_3COO)_3$ 、 $CH_3OH$ からなる原料液を加熱したガラスに噴霧して、酸化錫と酸化アンチモンを主成分とする所定の組成比の膜層を作製することにより、可視光の拡散透過率の少ない外装特性に優れた近赤外光カットガラスが得られる。

#### 【実施例1】

大きさが $150 \times 150$  mm厚みが3 mmのソーダライムガラスを洗浄、乾燥し基板とした。この基板を吊具によって固定し、650℃に設定した電気炉内に5分間保持した後、取り出して以下に示す原料液を市販のスプレーガンを用いて基板上に約10秒間、空気圧 $1.5 \text{ kg/cm}^2$ 、空

型)を併用した。

#### 【比較例】

実施例1に用いたものと同じソーダライムガラスを基板とし、実施例1の原料液で $C_4H_9SnCl_3$  28.2 gのかわりに $SnCl_4$  1.5 g、 $H_2O$  35.1 gとした液を用いて、実施例1と同じ方法により成膜した。原料液中の $SbCl_3$ 量は1.6 g、2.1 g、3.0 g、4.6 g、5.7 gとした。こうして得られた試料について、実施例1と同じ方法によりTdおよびTg、Tiを求めた。結果を第1～3図に(□)で示す。

#### 【実施例2】

大きさが $150 \times 150$  mm厚みが3 mmのソーダライムガラスを洗浄、乾燥し基板とした。この基板を吊具によって固定し、650℃に設定した電気炉内に5分間保持した後取り出して、 $C_4H_9SnCl_3$  28.2 g、 $SbCl_3$  1.6 gを溶媒である $H_2O$  20 gに溶解させたものを原料液とし実施例1と同様に試料を作成した。同様に溶媒を $H_2O$  20 gから等量のノタノール、エタ

#### 特開平3-103341(3)

気量 $50 \text{ g/min}$ 、噴霧量 $120 \text{ ml/min}$ で吹き付けたものを試料とした。原料液は以下の通りとした。

$CH_3OH$	10 g
$H_2O$	10 g
$C_4H_9SnCl_3$	28.2 g
$SbCl_3$	1.6 g

得られた膜の膜厚はおおむね $3000 \text{ Å}$ であった。

同様にして、原料液中の $SbCl_3$ 量が2.1 g、3.0 g、4.6 g、5.7 gである原料液を吹き付けて、膜に含まれる $Sb_2O_3$ 量の異なる試料を作成した。膜厚はおおむね $3000 \text{ Å}$ であった。これらの試料について、近赤ヘイズコンビュータHGM-2DPにより拡散透過率 (Td) を測定した。結果を第1図に(○)で示す。

また、JIS-R2106に従って、日射透過率 (Tg) さらに可視光透過率 (Ti) を測定した。結果を第2、3図に(○)で示す。膜中の組成分析は高感度プラズマ発光分析 (島津製作所 ICP100V型) および蛍光X線分析 (フィリップス PW1400

ノール、インプロパノール (IPA)、キシレンに代えた原料液を使用して試料を作成した。膜厚はどれも約 $3000 \text{ Å}$ であった。このようにして得られた試料について、実施例1と同じ方法により拡散透過率を求めた。第1表に原料液中の溶媒の違いによる拡散透過率の結果を示す。また、実施例1と同じ方法により日射透過率を求めたが、大きな差は見られなかった。

第 1 表

溶 媒	Td (%)
水	6.2
ノタノール	0.5
エタノール	2.8
IPA	4.3
キシレン	3.1

## 特開平3-103341(4)

## 【実施例3】

大きさが150×150mm厚みが3mmのソーダライムガラスを洗浄、乾燥し基板とした。この基板を吊具によって固定し、650℃に設定した電気炉内に5分間保持した後取り出して、 $C_2H_5SbCl_4$  28.2g、 $Sb(CH_3COO)_3$  2.1gを、 $CH_3OH$  10gと $H_2O$  10gの混合溶液に溶解させたものを原料液とし実施例1と同様に試料を作成した。溶液は $H_2O$ と $CH_3OH$ の重量混合比を100:0、90:10、60:40、40:60、10:90、0:100の6種類とし、各々について試料を作成した。膜厚はおおよそ3000Åとした。これらの試料について、実施例1と同じ方法により放射透過率を求めた。その結果を第3図に示す。これらの試料につき日射透過率を比較したが大きな差異はみられなかった。

## 【実施例4】

大きさが150×150mm厚みが3mmのソーダライムガラスを洗浄、乾燥し基板とした。この基板を吊具によって固定し、650℃に設定し

第4図は実施例3に記載したとおり、原料液中の溶媒の違いによる放射透過率を示すものである。

特許出願人 日本板硝子株式会社  
代理人 弁理士 大野 雅 市



た電気炉内に5分間保持した後取り出して、 $C_2H_5SbCl_4$  28.2g、 $Sb(CH_3COO)_3$  2.1gを、 $CH_3OH$  10gと $H_2O$  10gの混合溶液に溶解させたものを原料液とし実施例1と同様に試料を作成した。得られた試料について、膜中に $Sb_2O_3$ がほぼ等重量比含まれる実施例1の試料と、日射透過率、放射透過率を比較したが大きな差異はみられなかった。

## 【発明の効果】

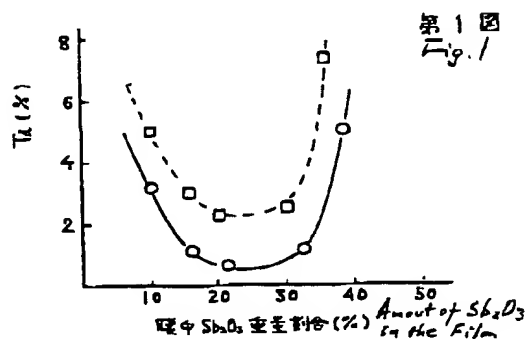
本発明によれば、実施例から明かなように斑点や白濁の欠点がなく放射透過率の低い近赤外光カットガラスを得ることができる。

## 4. 図面の簡単な説明

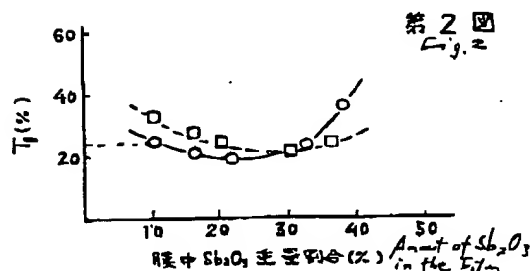
第1図は本発明の近赤外光カットガラスの放射透過率を示したものである。

第2図は本発明の近赤外光カットガラスの日射透過率を示すものである。

第3図は本発明の近赤外光カットガラスの可視光透過率を示すものである。



$O = CF$   
 $\square = 2 \times 10^{-4}$   
comparing



特圖平3-103341(5)

第 4 圖 Fig. 4

第 3 圖 Fig. 3

